

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 56061349 A

TITLE: PREPARATION OF AQUEOUS SOLUTION OF AMINE OXIDE

TTL:

PREPARATION OF AQUEOUS SOLUTION OF AMINE OXIDE

FPAR:

PURPOSE: To prepare the titled compound useful as a surface active agent having low irritation to the skin, e.g. a kitchen detergent, rinse such as shampoo, perfumery, cosmetics, etc., economically, in an industrial scale, in high efficiency, by reacting a tert-amine with hydrogen peroxide solution.

FPAR:

CONSTITUTION: The titled compound of formula II (R^1 is $8 \sim 20$ C alkyl; R^2 and R^3 are methyl, ethyl or hydroxyethyl) is prepared by (1) mixing a tertiary amine of formula I such as dimethyloctylamine with $10 \sim 40$ wt%, based on the amine, of water, (2) heating the mixture under stirring, and (3) adding $6 \sim 15$ wt% hydrogen peroxide solution dropwise to the mixture maintained at $75 \sim 85^\circ\text{C}$ thereby reacting hydrogen peroxide with the amine. The molar ratio of the hydrogen peroxide to the amine is at least $1.1 \sim 1$. The gelation and foaming during the reaction can be suppressed, the reaction temperature can be controlled easily, and the productivity per unit volume of the reactor can be increased by this process.

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56-61349

⑪ Int. Cl.³
C 07 C 135/02

識別記号

庁内整理番号
7162-4H

⑬ 公開 昭和56年(1981)5月26日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ アミノキシド水溶液の製造方法

⑯ 発明者 柳川琢磨

東京都世田谷区野沢3丁目1番
16号

⑰ 特 願 昭54-137425

⑱ 出 願 昭54(1979)10月24日

⑲ 発明者 雑賀大貳

千葉県千城台東2丁目5番6号

⑳ 発明者 植田茂幸

千葉県高浜19番の3 稲毛高浜団
地2棟204号

㉑ 出 願 人 ライオン・アクゾ株式会社

東京都墨田区横綱1丁目2番26
号ライオン油脂別館

㉒ 発明者 叶内清市

蓮田市関山3丁目10番10号

㉓ 代理人 弁理士 池浦敏明

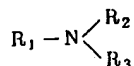
明 細 書

1. 発明の名称

アミノキシド水溶液の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 一般式



(式中、 R_1 は炭素数 8 ～ 20 のアルキル基、 R_2 及び R_3 はメチル基、エチル基又はヒドロキシエチル基である)

で表わされる第三級アミンと過酸化水素水とを反応させて対応するアミノキシドの水溶液を製造するにあたり、あらかじめアミンに対してその 10 ～ 40 重量%に相当する割合の水を混合し、攪拌しながら加熱し、この加熱混合物に対して、その中に含まれるアミン 1 モル当り少なくとも 1.1 モルに相当する割合の過酸化水素を含む濃度 6 ～ 15 重量%の過酸化水素水を、反応混合物濃度を 75 ～ 85℃に保持しながら

滴下反応させることを特徴とするアミノキシド水溶液の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、一般式



(式中、 R_1 は炭素数 8 ～ 20 のアルキル基、 R_2 及び R_3 はメチル基、エチル基又はヒドロキシエチル基である)

で表わされるアミノキシドの水溶液を収率よくかつ工業的に有利に製造する方法に関するものである。

本発明により前記一般式(I)で表わされるアミノキシドは、皮膚に対する刺激の少ない界面活性剤として、台所用洗剤やシャンプー等の洗浄剤、香粧品、化粧品等に幅広く利用されている有用な物質である。

このようなアミノキシドを得るためには、下記一般式(II)で表わされる第三級アミンに対し過酸

化水素を反応させることは広く行われている。



(式中、 R_1 、 R_2 及び R_3 は前記と同じである)

特公昭41-9294号公報によれば、第三級アミンに対し、攪拌下、40～80℃の温度において、少なくとも H_2O_2 20重量%を含有する過酸化水素水溶液を徐々に添加し、次に、反応の進行中に、反応混合物の有効な攪拌を可能にするために必要な水を、反応混合物に対し、そのゲル化が起る直前又は開始時から添加して反応混合物を希釈する方法が提案されている。しかしながら、このような方法においては、実生産規模で実施する場合、ゲル化又はゲル化開始時の判定が容易でない上に、過酸化水素水の添加が終了する頃から発泡が著しくなり、反応混合物の流出を防ぐためには、反応器の容量に比較して仕込み量を著しく少なくするか、泡の回収装置が必要になり、効率的ではない。

- 3 -

アミン等が挙げられる。

本発明においては、原料アミンに対しては水を添加混合するが、この場合の水の添加量は、アミンに対し10～40重量%である。この量が少なすぎると過酸化水素水の滴下途中でゲル化が起り、反応が困難になる。他方、余りに多すぎると、初期の反応が緩慢となって過酸化水素が蓄積し、急激な反応と過酸化水素の分解が起り、発泡と発熱が著しくなる。したがって、添加水の上限は40重量%にするのがよい。

本発明において用いる過酸化水素の使用量は、原料アミン1モルに対して少なくとも1.1モル、好ましくは1.2～1.3モルである。この量が多くなると生成物中に過酸化水素が多量残存するようになるので好ましくなく、その上限は原料アミン1モルに対し1.5モルにするのがよい。他方、少なすぎると未反応アミンが生成物中に多量残存するようになるので好ましくなく、その下限は原料アミン1モルに対し1.1モルの割合にするのがよい。また、本発明において用いる過酸化水素水の

本発明は、このような従来法における欠点が克服されたアミノオキシド水溶液の製造方法であり、前記一般式(II)で表わされる第三級アミンと過酸化水素とを反応させて対応する一般式(I)で表わされるアミノオキシドの水溶液を製造するにあたり、あらかじめアミンに対しその10～40重量%に相当する割合の水を混合し、攪拌しながら加熱し、この加熱混合物に対して、その中に含まれるアミン1モルあたり少なくとも1.1モルに相当する割合の過酸化水素を含む濃度6～15重量%の過酸化水素水を反応混合物温度を75～85℃に保持しながら滴下反応させることを特徴とする。

本発明で原料として用いられる第三級アミンは前記一般式(II)で表わされるが、その具体例を示すと、ジメチルオクチルアミン、ジメチルドデシルアミン、ジメチルテトラデシルアミン、ジメチルヘキサデシルアミン、ジメチルオクタデシルアミン、ジメチルヤシ油アルキルアミン、ジメチル硬化牛脂アルキルアミン、ジエチルドデシルアミン、N,N-ビス(2-ヒドロキシエチル)ドデシル

- 4 -

濃度の選定も重要で、その H_2O_2 としての濃度は6～15重量%である。この濃度が低すぎると反応が緩慢となって過酸化水素が蓄積し、急激な反応と分解が起り、その結果発泡と発熱が著しく生起するようになり、他方、この濃度が高すぎると過酸化水素水の滴下が終了する頃から発泡が著しくなる。したがって、この濃度は前記範囲にするのがよい。本発明における過酸化水素水の滴下速度はあまりに速過ぎると過酸化水素の蓄積を生じるので、反応の状況に応じ、適当に選ぶ必要がある。

本発明において反応を行う場合、反応温度の選定も重要であり、反応温度が高くなると着色の原因となり製品の外觀上好ましくなく、他方、低すぎると反応が緩慢となり過酸化水素が蓄積し急激な反応と過酸化水素の分解が起り、発泡と発熱が著しくなって温度の制御が困難となる。本発明の場合、前記のような条件では75～85℃という反応温度の採用が好ましいことが判明した。また本発明の場合は、反応操作を容易にし、かつ好ま

しい反応結果を得るために、アミンに水を添加し、これを攪拌しながらあらかじめ85～95℃に加熱しておき、これに過酸化水素水を滴下し、これによって反応温度を前記範囲に制御する。

本発明によれば、前記のように厳密に調整された反応条件でアミンと過酸化水素を反応させることにより、従来法に見られた反応中のゲル化及び発泡が抑制され、反応温度の制御が容易である上、反応器容量あたりの製品生産量を高めることができるなどの利点が得られる。

次に本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。なお以下に示す「%」は特記しない限り重量%である。

実施例 1

過酸化水素滴下装置、温度計、冷却管及び攪拌機を取付けた20ℓのガラス製反応器に、ジメチルドデシルアミン4.75kg(21.9モル)、水0.95kgを入れ、攪拌しながら85℃に加熱した。その後、8.9%過酸化水素水10.8kg(28.3モル)を、反応器内容物の温度を75～85℃に温

度を保持しながら、3時間で滴下した。滴下終了後、約80℃で4時間攪拌を続けて熟成し、反応生成液16.4kgを得た。反応生成液の分析の結果、ジメチルドデシルアミノキシド31.0%及び未反応アミン0.20%であった。この反応で過酸化水素水の滴下開始後1.5時間で泡高は最高になったが、2cm程度であり、容器からの流出はなかった。

実施例 2

実施例1において、過酸化水素のジメチルドデシルアミンに対するモル比を1.3とし、アミンと水の重量比、過酸化水素水の濃度及び反応温度を変化させて反応を行い、反応状態、反応率の変化を調べた。その結果を次表に示す。

- 7 -

- 8 -

第 1 表

実験係	水の添加量	過酸化水素水濃度(%)	反応温度(℃)	反応率(%)	反 応 状 態
1	20	6.9	75～85	99.0	泡高 8cm
2		8.9		99.4	泡高 2cm
3		11.5		99.3	泡高 3cm
4		14.0		99.4	泡高 10cm
5	10	8.9	75～85	99.1	泡高 5cm
6	40			99.0	泡高 8cm
7	20	8.9	60～70	98.7	発泡が著しく温度制御が困難

* アミンに対する水の重量%

実施例 3

実施例1の反応装置を用いて、N,N-ビス(2-ヒドロキシエチル)ヤシ油アルキルアミン4.8kg(18.6モル)、水0.96kgを混合し、攪拌しながら85℃に加熱した。その後、7.2%過酸化水素水10.7kg(22.6モル)を反応器内容物の温度を75～85℃に温度を保持しながら、3時間で滴下した。滴下終了後、約80℃で4時間攪拌を続けて熟成し反応生成液16.3kgを得た。反応生成液の分析の結果、対応するアミノキシド30.7%及び未反応アミン0.35%であった。実施例1と同様に泡の流出はなかった。

比較例 1

実施例1の反応装置を用いて、ジメチルドデシルアミン4.75kgを60℃に加熱した。次に、35%過酸化水素水2.76kgを反応器内容物の温度を56～64℃に温度を保持しながら1時間で滴下した。過酸化水素水約1/4を加えた時からゲル化が始まり、残りの過酸化水素水を添加中、水9kgを分割的に加えた。過酸化水素水の滴下を

となったが、反応器からの流出はなく、また、反応温度の制御も容易であった。

代理人 弁理士 池 浦 敏 明

終了する頃から発泡が著しくなり、滴下終了後反応温度を75℃に加熱する時、泡が容器から流出してきた。30分程度で泡の流出が認められなくなったので、そのまま4時間攪拌を続けて熟成した。反応生成液の分析の結果、対応するアミノキシド30.8%及び未反応アミン0.3%であった。この方法では、アミンの仕込み量を著しく減少させなければならない。

実施例4

過酸化水素滴下装置、温度計、冷却管及び攪拌機を取付けた1m³のグラスライニング製反応器に、ジメチルドデシルアミン209kg、水42kg入れ、攪拌しながら85℃に加熱した。次に9%過酸化水素水475kgを、反応器内容物の温度を75～85℃に温度を保持しながら、4時間で滴下した。滴下終了後、約80℃で3時間攪拌を続けて熟成し、反応生成液720kgを得た。反応生成液の分析の結果、ジメチルドデシルアミノキシド30.8%及び未反応アミン0.25%であった。この反応で過酸化水素水の滴下開始後2時間で泡高は最高